

結像型 X 線 CT を用いた球状グラファイト結晶の 3 次元構造解析

Three-dimensional observation of spherical graphite by ultra high spatial resolution X-ray CT

安田秀幸^{*}、上杉健太郎^{**}、竹内晃久^{**}、鈴木芳生^{**}、吉田健太郎^{*}、柳楽知也^{*}
H. Yasuda, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, K. Yoshida, T. Nagira

^{*} 大阪大学、^{**} (財) 高輝度光科学研究センター
^{*}Osaka University, ^{**}JASRI

工業的に広く利用されている球状黒鉛鋳鉄は、球状グラファイト結晶が金属マトリックスに均一分散した材料である。球状化の機構について、これまでにいくつかの提案がなされているが、球状化機構の詳細は不明である。本か題では、球状グラファイト結晶の 3 次元構造解析を SPring-8 の BL47XU において行った。球状黒鉛の中心部には、金属相 (Fe マトリックス) が球状の存在する構造が観察された。さらに、中心部から周辺部に向かって、金属相が分布する構造になっていることが明らかになった。従来手法では観察が不可能であった 1 ミクロン以下の分解能で球状黒鉛の構造が明らかにされ、球状化機構の解明に貢献すると期待される。

In the spheroidal graphite cast iron, which has been widely used for casting parts, graphite crystals with spherical shape are uniformly distributed in the metallic matrix (α -Fe). Although several models describing formation of the spherical graphite crystal have been proposed, the models were not well validated. In this study, three-dimensional observation of the spherical graphite crystals were performed by using ultra high spatial resolution X-ray CT in BL47XU of SPring-8. In the center of the graphite crystal, shell of the metallic phase was found. In addition, the plate-like metallic phase was spread from the center region to the outer region. The three-dimensional observation with spatial resolution of several 100 nm provided valuable knowledge for understanding the growth of the spherical graphite crystal.

はじめに

球状のグラファイトが Fe マトリックス中に分散した球状黒鉛鋳鉄は、グラファイト周辺に応力集中が起こりにくいため鋳造材でも高い強度が得られ、広く工業的に利用されている。グラファイトの形状は、微量の Mg、Ca、レアアース元素 (RE) を添加することに

より、フレーク状から球状に変化する。しかし、球状化の機構については種々の説があり、その機構には不明な点が多い。

炭素元素の結合に起因する強い結晶構造の異方性を有するグラファイトが、板状から球状に変化する機構を解明することは、結晶形態の制御手法の進展にもつながり、学術的な

面だけでなく、工学的な面でも意義がある。

本課題では、BL47XUにおいて結像型CTを用いて、微量Mg、Ca、レアアース元素(RE)の添加により金属相マトリックス中に形成された球状グラファイト結晶(直径10-50 μm)の3次元構造(空間分解能1 μm 以下)を観察することを目的とした。

実験方法

装置の配置は、上流から光源、分光器、ビームディフューザー、スリット、試料、FZP(フレネルゾーンプレート)、スリット、検出器である。FZPにより試料の像を検出器に拡大投影したが、FZPによる倍率は数十倍程度となった。

FZPによる透過像を拡大する光学系を除き、透過像測定方法は通常のX線CTと同じである。検出器にはCCDカメラを用いた可視光変換方式の二次元検出器を用いた。

高分解を得るため、Feマトリックスを酸で除去した球状グラファイトを用いた。したがって、CT撮影時には球状グラファイト中の金属相は除去されているので、本来の金属相はポロシティとして観察される。Fig. 1はCTに用いた試料の実体顕微鏡写真である。

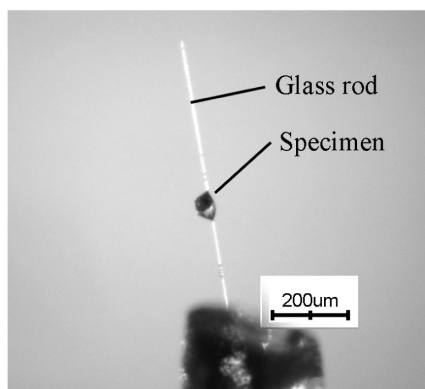


Fig. 1 Graphite specimen used in the X-ray CT.

実験結果

Fig. 2は、X線透過像である。周辺部は固定に用いた接着材であり、中心部の球状の物質が観察対象の球状グラファイト結晶である。

Fig. 3はCTの再構成像である。周辺部にはグラファイト結晶を固定している接着剤も観察されている。球状グラファイトの表面は複雑な形状をしており、内部にはポロシティ(金属相が存在していた領域に対応)が観察された。

特にグラファイト結晶の中心部では、ポロシティや残留した金属相が殻状に分布している領域が観察された。中心部で観察された構造は、グラファイト結晶の成長と密接に関係していると考えられる。

中心部の3次元構造を観察するために中心部を抽出したスライス像がFig. 4である。ここでは、グラファイト中のポロシティ部分に注目しているため、Fig. 3に比べてコントラストを反転している。

中心部には、円状にポロシティが存在し、その周辺では中心から外側にむけてポロシティが広がっている。

Fig. 5は、Fig. 4で示した領域の3次元像である。中心部には、5 μm 程度の殻状のポロシティが存在している様子が明瞭に示されている。つまり、数 μm のグラファイトを金属相が

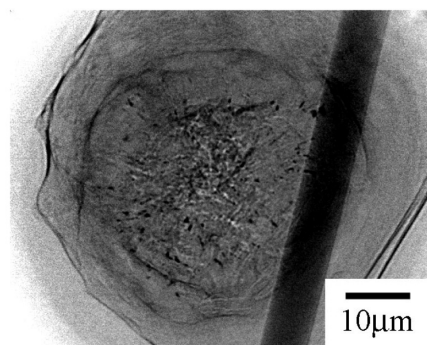


Fig. 2 Transmitted image of the graphite crystal

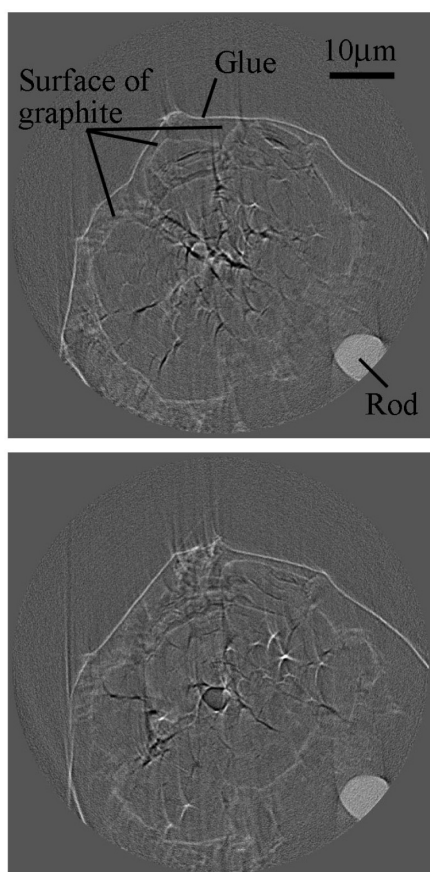


Fig. 3 Slice images of the spherical graphite

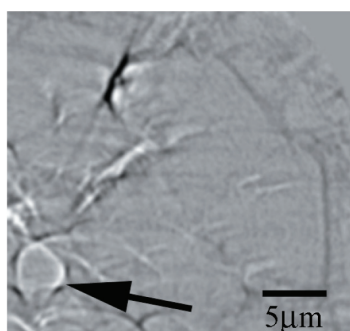


Fig. 4 Slice image of the center region.

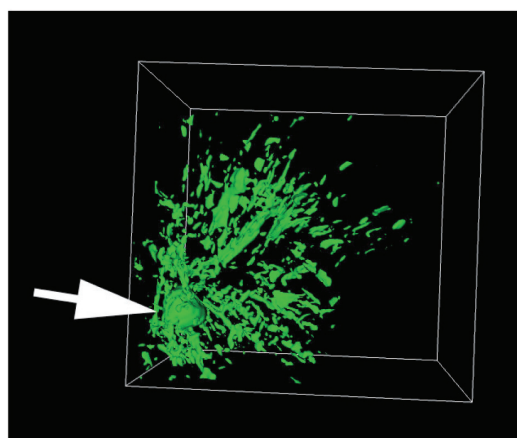


Fig. 5 3D image of the porosity in the spherical graphite crystal. In the casing, the metallic phase exited in the porosity.

殻状に取り巻いていたことが分かる。また、その周辺では中心から周辺に向かって、板状のポロシティが存在しており、球状グラファイト内で放射状に金属相が分布していたことも明らかになった。

まとめ

数 100nm 程度の空間分解能で球状グラファイト結晶の 3 次元構造を観察することができた。これまでの研究では、球状グラファイトの断面観察、あるいは外形の形状観察のみであり、一般的には平面的に成長するグラファイトが、なぜ球状に成長するのか、その詳細は不明であった。今回の課題において、球状グラファイト結晶の内部構造を知ることができ、成長機構との相関について詳細に検討する予定である。

また、これまでの介在物分布を測定したマイクロビームにより蛍光 X 線分析の結果と組み合わせることにより、元素の同定ができた介在物がグラファイトのどの部分に存在するかが明らかにできる。

SPring-8 で開発されているナノメートルレベルのイメージング技術は、従来手法では不可能であった高分解能 3 次元構造の観察を可能にしている。結晶の成長機構だけでなく、材料の組織制御などの発展の寄与できる技術である。